

氏名 白 田 宏 治

学位（専攻分野） 博士（工学）

学 位 記 番 号 総研大乙第8号

学位授与の日付 平成 7 年 3 月 2 9 日

学位授与の要件 学位規則第4条第2項該当

学 位 論 文 題 目 High Precision Lattice Spacing Measurement of
LEC GaAs Crystals with Synchrotron radiation

論 文 審 査 委 員 主 査 教 授 大 隅 一 政

教 授 安 藤 正 海

教 授 中 島 哲 夫

教 授 松 下 正

助教授 飯 田 厚 夫

主任研究官 岡 田 安 正

（電子総合研究所）

主席研究員 松 井 純 爾

（NECつくば基礎研究所）

論文内容の要旨

GaAs単結晶は、Si単結晶に比べて高移動度、低消費電力性、耐放射線に強い等の特徴を有し、次世代LSIや超高速デバイス用基板への用途が期待されている。ここに高品質なデバイスの作製にはGaAs単結晶の高均一化が要求される。そこで結晶中の格子欠陥や歪みを評価する方法として非破壊かつ迅速な評価が可能なボンド法、或いは2結晶法による格子定数の測定が検討されてきた（結晶中ドーパントの評価等が好例）。しかしながら、対象とする格子定数の変化量が $\Delta d/d$ で 10^{-5} 以下の微小な歪み量となるに至って、実験室系での測定ではその評価結果が一致しないケース（例えば結晶組成の評価）が出てきた。これは特にGaAs単結晶の場合、上記の本来評価すべき歪み量と比して、結晶中の転位が格子定数に及ぼす歪み量が同等以上である為に、測定結果からは直接の格子定数依存性が得られない事にあると考えられている。また従来の格子定数測定では入射X線のサイズがmmオーダーである為に、測定領域中の数百 μm 以下の大きさの転位による格子定数変化の平均値しか得られていない事にも由来している。従って、結晶中の転位による歪みをその他の格子変化要因から分離する必要があるが、この目的で転位の廻りの格子定数変化を詳細に調査するには以下の課題がある。一つは、従来の実験室系でのX線源では強度不足のために格子定数の高精度測定と高分解能測定の両立が困難な事である。他方は、従来のGaAs単結晶中の転位密度が 10^4cm^{-2} 台と高く、転位が束を成して形成するセル壁や孤立転位が混在しており、転位の存在形態による格子定数の変化量をそれぞれ明らかにする必要があることである。

然るに本研究は、高輝度かつ連続光源である放射光を利用し、GaAs単結晶の格子定数の精密測定を行う為の装置の開発、それを用いた転位の廻りの格子変化の詳細な評価を通してGaAs単結晶の高均一化への知見を得る事を目的とした。

1. 格子定数測定装置

高エネルギー物理学研究所放射光実験施設のBL-6C₂に3結晶法による精密格子定数測定装置を設置した。本装置は、X線平行度の確保とGaAs単結晶に最適化を計る為の波長選択が可能な非対称モリシツクモノクロメータを有する事を特徴とする。この結果(001)GaAs単結晶ウェハの(008)回折における格子定数測定精度が $\Delta d/d \sim 5.9 \times 10^{-6}$ 、最小測定ビームサイズが $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ と、従来に比べ一桁高い測定精度で従来の1/100の微小面積の測定が可能な装置が開発された。

2. 低転位密度結晶の作製

従来LEC単結晶よりも転位密度を低減する為には、結晶作製時の引き上げ方向温度勾配を緩くする必要がある。そこで、転位発生の一原因である結晶表面からのAsの抜けを抑えながら低温度勾配化が可能なAs-LEC法によって結晶組成を変化させた結晶を作製した。得られた結晶の転位密度は 10^3cm^{-2} 台と従来結晶よりも一桁転位密度が低く、高転位密度結晶で観察される数 $100 \mu\text{m}$ サイズのセル構造も観察されなかった。

3. 高転位密度GaAs単結晶中の格子定数変化

上記の $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ X線ビーム精密格子定数測定装置による、高転位密度結晶中の転位が格子定数変化に及ぼす影響について評価した。高転位密度結晶中の格子定数は、結晶中のセル壁の廻りで、 $\Delta d/d \sim 10^{-5}$ 程度小さくなる事が示された。このセル壁による格子変化は、セル構造から $300 \mu\text{m}$ 程度にも及ぶ事も明らかとなった。また、セル壁により形成されるセ

ル構造のサイズによっても格子定数は変化し、セル構造がその内部に歪みを蓄えると示唆される結果も示された。

4. 低転位密度GaAs単結晶中の格子定数変化

一方、低転位密度結晶中の格子変化は、高転位密度結晶のそれと比較して数分の一と小さく、孤立した転位との明確な相関も認められないことが初めて示された。すなわち、孤立転位の格子定数変化は、 $\Delta d/d \sim 10^{-6}$ 以下の微小な変化であることが示唆される。

5. 低転位密度GaAs単結晶の格子定数の結晶組成依存性

従来の高転位密度結晶の評価に於いては報告結果が一致しなかった組成依存性に関して、新たに低転位密度GaAs単結晶中の格子定数の結晶組成依存性を評価した。Asモル分率がGaリッチからAsリッチに 7×10^{-6} の範囲で変化する結晶の格子定数変化量は、従来の高転位密度結晶のおよそ数分の一と小さく、有意の組成依存性を示さなかった。本結果は、GaAs単結晶の結晶組成変化が一種類の点欠陥の変化では説明できず、複数の点欠陥が関与している事を示唆する知見である。さらに、従来の高転位密度結晶中の格子定数変化が、セル構造によって支配される歪みによる影響を少なからず受けており、その平均値からの結果である事をも示唆している。

6. まとめ

以上から、GaAs単結晶中の格子定数は、結晶中の転位の存在形態によって様々に変化する事が明らかとなった。 $\Delta d/d \sim 10^{-5}$ 程度よりも小さなGaAs単結晶の格子定数評価を行うには、転位密度が 10^{-3} cm^{-2} 以下の低転位密度結晶が不可欠である事を示す事が出来た。

博士論文審査結果の要旨

白田君のが宇井論文は放射光を利用した高精度の格子常数測定装置の開発とそれを利用したGaAs単結晶の精密格子常数測定を行ったものである。

電子移動度の大きいGaAsが次世代高速計算機の素子の最有力候補として考えられ、結晶成長とデバイス技術が開発されている。GaAsを結晶成長及び健全性の高い結晶を得るという観点から捉えるとGaAsは二元化合物であること、Asの蒸気圧が高いこと、固体における化学量論比Ga:Asが厳密な意味で1:1になるようにする条件はまだ確立していないこと、また完全性の高い結晶を作製する技術が完成していないこと等の問題がある。

一方放射光科学の進展に伴い、各種装置の発展がある。放射光の輝度とは超選択性を特色とすると3結晶配置での結晶格子定数評価装置もその1つである。

学位申請者は企業においてGaAsを用いた半導体デバイスを開発する仕事に携わっている。GaAs単結晶を完全性の高い結晶にすることに関しては成長条件の探索と結晶評価法の確立の必要性が挙げられる。白田君は放射光を利用した一体型のモノクロメーターを用いた格子定数測定装置を製作し、一方低転位密度を含む各種GaAs単結晶を成長させ(1) $\Delta d/d$ の精密度は 5.9×10^{-6} であること。(2)入射ビームの面積を100ミクロン角にして十分な実験が行えること。(3)精度を上げるには大面積の結晶では内部歪みが残っているので測定に用いる結晶は7.5mm角前後の小さい結晶にする必要があること。(4)無転位化のためのインジウム不純物添加が格子面間隔を極めて大きくすること。(5)単結晶の化学量論比を変えても格子面間隔に有無の差が現われないこと。(6)転位の多い結晶ではセル構造の内側との境界とにおける格子面の間隔と傾きについて定量的なことがいえぬことなどを見出した。

そこで白田君は、さらに完全性の高い結晶を得て格子面間隔の立場から結晶成長機構の理解を深めることを計画した。As注入による小型のGaAs単結晶成長法を開発し、今までより1桁低い転位密度を持った比較的完全度の高いGaAs単結晶を得ることができた。この結晶を用いてセルの境界と内側の格子の測定を行ったところ、境界をはさんで格子面の傾きの変化はほとんどなく一方面間隔については必ず跳びが起こることを明らかにした。このことは世界にさきがけて見出したものである。このことからGaAs結晶に含まれているボロン及び炭素不純物は転位群で構成されている境界の内側において捕獲され境界層においては格子面間隔の値を下げるというモデルを提唱した。よって本学位論文の内容は関連分野に対する貢献度が大きく、学位論文として十分な内容を持つと認められる。